

石墨烯粉体材料热扩散系数测定 激光闪射法

Determination of thermal diffusivity of graphene powder material

——Laser flash method

2021-05-14 发布

2021-06-14 实施

江苏省市场监督管理局 发布

目录

前 言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 测试仪器与设备.....	2
6 试样制备.....	2
7 测试步骤.....	2
8 结果计算.....	3
9 精密度.....	3
10 测试报告.....	3
附 录 A	4

前 言

本文件遵循GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由江苏省石墨烯标准化技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：南京吉仓纳米科技有限公司、广州特种承压设备检测研究院（国家石墨烯产品质量监督检验中心（广东））、江苏江南烯元石墨烯科技有限公司、江南石墨烯研究院、厦门凯纳石墨烯技术股份有限公司、华南理工大学。

本文件主要起草人：尹宗杰、董国材、何立粮、张小敏、郭国标、洪江彬、方崇卿、魏嫣莹、薛健、童伟。

石墨烯粉体材料热扩散系数测定 激光闪射法

1 范围

本文件规定了激光闪射法测定石墨烯粉体热扩散系数的术语和定义、方法原理、测试仪器与设备、试样制备、测试步骤、结果计算、精密度和测试报告。

本文件适用于可以压制成型的石墨烯粉体，含有石墨烯的复合材料及石墨粉体可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 22588-2008 闪光法测量热扩散系数或导热系数

GB/T 30544.13-2018 纳米科技术语第13部分：石墨烯及相关二维材料（ISO/TS 80004-13:2017, IDT）

3 术语和定义

GB/T 30544.13-2018 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

热扩散系数 thermal diffusivity

材料的导热系数除以其体积密度和比热容，以 α 表示，单位为 cm^2/s 。

[来源：GB/T 22588-2008，3.2]

4 方法原理

在一定的设定温度 T （恒温条件）下，由激光源（或闪光氙灯）在瞬间发射一束光脉冲，均匀照射在样品下表面，使其表层吸收光能后温度瞬时升高，并作为热端将能量以一维热传导方式向冷端（上表面）传播。使用信号探测器连续测定上表面中心部位的相应温升过程，得到温度（检测器信号）升高对时间的关系曲线。

若光脉冲宽度接近于无限小或相对于样品半升温时间近似可忽略,热量在样品内部的传导过程为理想的由下表面至上表面的一维传热、不存在横向热流,且在样品吸收照射光能量后温度均匀上升、没有任何热损耗的理想情况下,则通过公式(1)即可得到样品在温度T下的热扩散系数 α 。

$$\alpha = \frac{0.13879L^2}{t_{1/2}} \quad (1)$$

式中:

α ——热扩散系数, cm^2/s ;

L ——试样的厚度, cm ;

$t_{1/2}$ ——半升温时间, s 。

对于实际测定过程中任何对理想条件的偏离(如由边界热传导、气氛对流、热辐射等因素引起的热损耗;由材料透明或半透明引起的内部辐射热传导; $t_{1/2}$ 很短导致光脉冲宽度不可忽略等),需使用适当的数学模型进行计算修正。

5 测试仪器与设备

5.1 激光导热仪,主要包括激光器系统,样品支架系统,炉体系统以及信号探测系统等部分组成。测试原理符合 GB/T 22588-2008 的第 7 章的要求

5.2 烘箱,控温范围:室温~200 °C。

5.3 液氮罐:可液氮温度下进行测试。

5.4 压片机,模具杯直径需符合激光导热仪的要求,最大压力不小于 15 MPa。

5.5 精密天平,分辨率 0.01g。

5.6 游标卡尺,精确度 0.02mm。

6 试样制备

6.1 取样品置于在烘箱中,并在 50 °C 温度下干燥 24 h 后,将样品转移至干燥容器中冷却至室温。

6.2 根据激光闪射法测试的要求称取若干克的石墨烯粉体样品,将其放入模具杯中,使用压片机在 10 MPa 压力下,保压 2 min 后,脱模。制备的样品应是表面平整无裂痕的片状、块状样品,样品压片后厚度在 1.70 mm~3.00 mm 之间。

6.3 在支架夹片的两面或试样表面均匀喷涂石墨涂层,晾干,待测。

7 测试步骤

7.1.1 激光导热仪开机后预热 15 min。

7.1.2 用游标卡尺测定试样厚度,并记录样品厚度,精确至 0.02 mm。

- 7.1.3 待激光导热仪稳定后，将样品放入仪器的测试腔或者支架上。
- 7.1.4 打开测试系统，输入测试条件，测试完成后，记录测定结果。
- 7.1.5 同一样品，至少测试五次，分别记录对应的热扩散系数 α_1 、 α_2 、 α_3 、 α_4 、 α_5 。

8 结果计算

试样热扩散系数结果以5次测量结果的算术平均值 α 表示，结果保留至小数点后四位，计算公式如式（2）所示。

$$\alpha = \frac{\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3 + \alpha_4 + \alpha_5}{5} \quad (2)$$

9 精密度

9.1 重复性

由同一操作者在同一实验室、同一测试设备及短间隔内对试样进行测试，在95%的置信度下，测试结果的相对标准偏差不超过3%。

9.2 再现性

由不同的操作者在不同实验室内对同一试样进行测试，在95%的置信度下，测试结果之间的相对标准偏差不超过5%。

10 测试报告

测试报告应包括以下内容：

本标准编号；

测试人员、日期；

样品的描述，包括厂家、样品编号和生产批号；

送样单位、人员；

使用仪器型号及测试条件（测试温度需列出）；

测试结果；

本标准未作规定的附加操作，以及能影响测试结果的任何其他因素。

(资料性附录)

测试报告示例

测试报告示例见表 A.1。

表 A.1 激光闪射法测定石墨烯粉体材料热扩散系数的测试报告 (示例)

样品名称	物理法石墨烯粉末	规格型号	JCPG-99-1-8
测试依据	××××××		
单位名称	××××××		
测试人:	×××	测试日期:	×年×月×日
测试条件			
a) 设备品牌、型号	×××	b) 测试温度	25 °C
c) 试样的描述	样品压片情况较好	d) 试样预处理情况	10 MPa 压力下保压 2min
e) 试样质量	0.50 g	f) 试样尺寸	直径: 12.70 mm, 厚度: 2.12 mm
测试结果			
结果 α_1	0.0283cm ² /s	结果 α_2	0.0284cm ² /s
结果 α_3	0.0283cm ² /s	结果 α_4	0.0284cm ² /s
结果 α_5	0.0284cm ² /s	平均值 α	0.0284cm ² /s